

# GASEOUS PHASE CHEMICAL REACTION APPARATUS

Publication number: JP1116013

Publication date: 1989-05-09

Inventor: OTSUKA KENICHI

Applicant: KAWASAKI STEEL CO

Classification:

- international: **B01J12/02; B22F9/28; B01J12/00; B22F9/16; (IPC1-7): B01J12/02; B22F9/28**

- european:

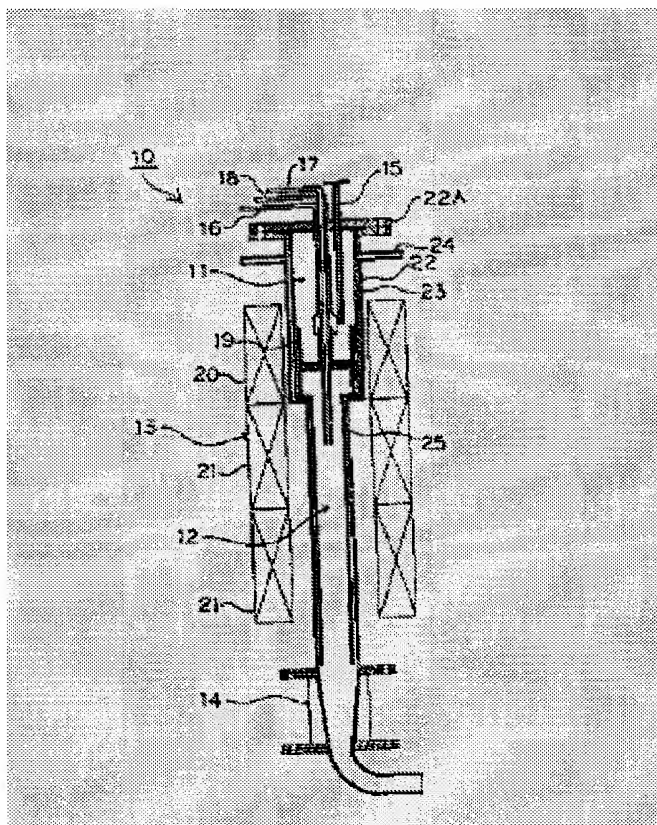
Application number: JP19870269455 19871027

Priority number(s): JP19870269455 19871027

[Report a data error here](#)

## Abstract of JP1116013

**PURPOSE:** To prevent the contamination of a constituting material by the powder formed at the time of chemical reaction by constituting an evaporation section and reaction of specific materials. **CONSTITUTION:** An apparatus constituting body 22, gas introducing pipes 15, 17, an evaporation crucible 19, etc., are respectively formed of graphite or quartz which does not react with an easily evaporatable metal compd. or the same material as the material of the powder to be produced. The easily evaporatable metal compd. charged from an easily evaporatable metal compd. charging pipe 15 into the crucible 19 for evaporation is first fed to the evaporation section 11 and the reaction section 12 without reacting with the constituting materials. A reducing gas is then introduced from the reaction gas introducing pipe 17 to cause the gaseous phase chemical reaction. The reaction gas introducing pipe 17 is sheathed by the inert gas from a sheath introducing pipe 18 at this time. The contamination of the constituting materials by the powder formed of the easily evaporatable metal compd. at the time of the gaseous phase reaction is thereby prevented.



## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-116013

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>B 22 F 9/28  
B 01 J 12/02

識別記号

庁内整理番号

Z-7141-4K  
B-6639-4G

④ 公開 平成1年(1989)5月9日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全12頁)

⑤ 発明の名称 気相化学反応装置

② 特 願 昭62-269455

③ 出 願 昭62(1987)10月27日

⑦ 発 明 者 大 塚 研 一 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

⑧ 出 願 人 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

⑨ 代 理 人 弁理士 塩川 修治

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

気相化学反応装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) 易気化性金属化合物の投入管、キャリアガス導入管を備え、気化用ルツボを内蔵してなる気化部と、気化部に隣接して配設され、反応ガス導入管を備えてなる反応部とを有してなり、易気化性金属化合物と、該易気化性金属化合物に対する反応ガスとの間の気相化学反応により、金属もしくはセラミックスの粉末を製造する気相化学反応装置において、気化部および反応部を構成する装置構造体の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質の保護内筒を設け、装置構造体と保護内筒との間隙に不活性ガスまたは反応ガスを流し、かつ、易気化性金属化合物の投入管もしくはガス導入管のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、および気化用ルツボを易気化性金属化合物と反応しない材質にて形成することを特徴とする気相化学反応装置。

置。

(2) 特許請求の範囲第1項において、保護内筒はその長手方向の一部のみを装置構造体に固定されてなる気相化学反応装置。

## 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は気相化学反応装置に関する。

[従来の技術]

第4図は、特開昭59-170211号公報に記載される金属微粉製造用の気相化学反応装置を示す模式図である。第4図において、1は易気化性金属化合物の気化部、2は反応部、3は粉末捕集部、4は易気化性金属化合物蒸気導入管、5は還元ガス導入管である。気化部1は、易気化性金属化合物(例えば $\text{FeCl}_2$ 、 $\text{NiCl}_2$ 、 $\text{WCl}_6$ 等の金属ハロゲン化物)を蒸発気化させ、反応部2は、該易気化性金属化合物の蒸気と還元ガスとを接触、混合し、気相化学反応の進行により金属の微粉を生成する。

すなわち、上記気相化学反応装置にあっては、

気化部 1 で蒸発気化した金属化合物がキャリアガスにより反応部 2 に導かれて別に導入された還元ガスと反応する。すなわち、金属化合物が水素ガス等により還元されて金属の超微粉、微粉を生じ、これらの超微粉、微粉は粉末捕集部 3 において回収される。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上記従来の気相化学反応装置にあっては、気化部 1 および反応部 2 を構成する装置構造体の内壁と易気化性金属化合物蒸気とが直接的に接触する構造になっており、その内壁材質と易気化性金属化合物蒸気との間に反応を生じ、その内壁材質が製品粉末に混入し、製品粉末を汚染するおそれがある。

気化部 1 および反応部 2 の設置構造体の少なくとも最外壁部は、ガスの漏洩を防ぐため金属材料を用いざるを得ない。そこで、上記装置構造体の内壁部をセラミックス等の易気化性金属化合物蒸気と反応しにくい材質にて構成することも考えられるが、この場合には金属とセラミックスとの膨

張の差等からセラミックスに亀裂を生じ、結果としてセラミックスの亀裂部分を介する金属と易気化性金属化合物蒸気との接触を生じ、製品粉末の汚染を避けることができない。

また、金属材料からなる装置構造体の内面へ易気化性金属化合物蒸気と反応しにくい材質（セラミックス、貴金属等）をコーティングすることも考えられるが、この場合には、①セラミックスではこの装置に不可欠な昇温、降温の熱サイクルによる劣化、剥離を生じ、また②白金等の貴金属では高温による金属の相互拡散を生じて外壁金属が表面に暴露される結果、製品粉末の汚染を避けることができない。

本発明は、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体、ガス導入管、気化用ルツボ）にて汚染される可能性を確実に防止することを目的とする。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、易気化性金属化合物の投入管、キャリアガス導入管を備え、気化用ルツボを内蔵して

なる気化部と、気化部に隣接して配設され、反応ガス導入管を備えてなる反応部とを有してなり、易気化性金属化合物と、該易気化性金属化合物に対する反応ガスとの間の気相化学反応により、金属もしくはセラミックスの粉末を製造する気相化学反応装置において、気化部および反応部を構成する装置構造体の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質の保護内筒を設け、装置構造体と保護内筒との間隙に不活性ガスまたは反応ガスを流し、かつ、易気化性金属化合物の投入管もしくはガス導入管のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、および気化用ルツボを易気化性金属化合物と反応しない材質にて形成するようにしたものである。

〔作用〕

本発明によれば、装置構造体の内側に不活性ガスまたは反応ガス（例えば  $H_2$ 、 $O_2$  等）を介した状態で、易気化性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）の保護内筒が設けられ、装置構造体の構成材料と易気化性金属化合

物との直接的な接触を避けることができる。また、装置内に配置されるガス導入管、気化用ルツボも易気化性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）にて形成される。

したがって、易気化性金属化合物の投入管から気化用ルツボに投入される易気化性金属化合物は、装置内の高温部にて黒鉛、石英ガラス等の該易気化性金属化合物と反応しない材質からなるもの以外と接触することなく、気化部および反応部に送られることになる。これにより、本発明は、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体、ガス導入管、気化用ルツボ）にて汚染される可能性を確実に防止することができる。

また、装置構造体の構成材料として易気化性金属化合物と反応し易い金属材料を用いながら、それらの反応を避けることができる。これにより、完全に気密で強度的に安全性の高い装置構造体を形成し、かつ装置構造体の構成金属材料の溶出による汚染のない製品粉末を製造できる。

なお、本発明の好適な実施態様として、保護内筒の長手方向の一部（例えば一端部）のみを装置構造体に固定するものとすれば、装置の熱サイクルに対して保護内筒を自在に伸縮させることができ、保護内筒の亀裂を防止し、装置を長時間安定して稼動させることができる。この時、装置構造体と保護内筒との間隙に供給される不活性ガスまたは反応ガスは、保護内筒の固定部から自由端側へと流され、易気化性金属化合物蒸気が上記自由端から上記間隙内に侵入することを防止できる。

また、本発明の実施において、装置の使用温度によっては、保護内筒、ガス導入管、気化用ルツボを、装置が製造しようとする粉末と同一材質にて形成することもできる。

#### 〔実施例〕

第1図は本発明の第1実施例を示す模式図である。

気相化学反応装置10は、堅型をなしており、気化部11、反応部12、加熱装置13、冷却部

反応部12は小径の円筒状とされている。

加熱装置13は、気化部加熱炉20と反応部加熱炉21とを接続して構成されており、気化部加熱炉20は気化部11に対応配置され、反応部加熱炉21は反応部12に対応配置されている。両加熱炉20、21は、それらの発熱体と制御系とを相互に別個としており、相互に独立に温度制御できるようになっている。気化部11の気化温度と反応部12の反応温度とが同一であるときには、両加熱炉20、21の発熱体、制御系を単一化してもよい。

冷却部14は、反応部12の下部に配設され、水ジャケットを備えるととも、その出口は粉末回収装置へ連なる。

上記気相化学反応装置10は、易気化性金属化合物投入管15から投入される易気化性金属化合物と、反応ガス導入管17から導入される還元ガスとの間の気相化学反応により、金属の超微粉・微粉の粉末を製造することができる。ここで、易気化性金属化合物を連続的に投入すれば、連続的

に14によって構成され、気体の流れを下向きに設定している。

気化部11は、易気化性金属化合物投入管15、易気化性金属化合物を反応部12へ送るキャリアガス導入口16、反応ガス導入管17、シースガス導入管18を備え、気化用ルツボ19を内蔵している。反応ガス導入管17は2重円筒状の気化用ルツボ19の中心に貫通配置し、着脱可能である。また、気相化学反応では反応部内壁やガス導入管外壁に析出を生ずることが不可避であるが、この反応装置10にあっては、シースガス導入管18により、反応ガス導入管17を不活性ガスによってシースし、操業後に取り外して清掃することを可能としている。キャリアガス導入口16、反応ガス導入管17、シースガス導入管18は3重管となっている。

反応部12は、気化部11の下部に接続され、気化用ルツボ19の中心を貫通した反応ガス導入管17、シースガス導入管18の開口端を配置せしめている。なお、気化部11は大径の円筒状、

な粉末の製造が可能となる。

しかして、上記気相化学反応装置10にあっては、気化部11と反応部12を構成する金属材料製装置構造体22の内側に、易気化性金属化合物と反応しない材質としての黒鉛または石英ガラス等にて形成される保護内筒23を設けている。保護内筒23は気化部11に対応する部分を大径、反応部12に対応する部分を小径としている。保護内筒23は、上端部を反応部22の上端フランジ部22Aにシールされて挟着固定されており、下端部を反応部12の下端側にて解放自由端としている。

また、装置構造体22の上端側外周部にはシールガス導入管24が接続され、装置構造体22と保護内筒23の間隙25にシールガスとしての、不活性ガスまたは反応ガスを供給するようになっている。間隙25に供給された上記シールガスは保護内筒23の自由端側から反応部12の内部に流出する。

また、易気化性金属化合物投入管15、キャリア

アガス導入口16、シースガス導入口18のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分は、それらの装置内低温部側部分と切り離し、易気化性金属化合物と反応しない材質としての黒鉛または石英ガラス等にて形成される。それらの管の高温部側部分は低温部側部分に螺着される。この時、螺着部の機密は完全である必要がない。

また、気化用ルツボ19も易気化性金属化合物と反応しない材質としての黒鉛または石英ガラス等にて形成される。

次に、上記実施例の作用について説明する。

上記実施例によれば、装置構造体22の内側に不活性ガスまたは反応ガスを介した状態で、易気化性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）の保護内筒23が設けられ、装置構造体22の構成材料と易気化性金属化合物との直接的な接触を避けることができる。また、装置内に配置される易気化性金属化合物投入管15、ガス導入口16、18、気化用ルツボ19も易気

一端部のみを装置構造体22に固定するものとした。したがって、装置の熱サイクルに対して保護内筒を自在に伸縮させることができ、保護内筒23の亀裂等を防止し、装置を長時間安定して稼働させることができる。この時、装置構造体22と保護内筒23との間隙25に供給される不活性ガスまたは反応ガスは保護内筒23の固定部から自由端側へと流され、易気化性金属化合物蒸気が上記自由端から上記間隙内に侵入することを防止できる。

第2図は本発明の第2実施例を示す模式図である。

この気相化学反応装置30が前記気相化学反応装置10と異なる点は、気体の流れを上向きに設定した堅型であることにある。

気相化学反応装置30は、装置10と同様に、気化部31、反応部32、加熱装置33、冷却部34を有している。また、気化部31は易気化性金属化合物投入管35、キャリアガス導入口36、気化用ルツボ37を備えている。また、反

応性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）にて形成される。

したがって、易気化性金属化合物の投入管15から気化用ルツボ19に投入される易気化性金属化合物は、装置内の高温部にて黒鉛、石英ガラス等の該易気化性金属化合物と反応しない材質からなるもの以外と接触することなく、気化部11および反応部12に送られることになる。これにより、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体22、投入管15、ガス導入口16、18、気化用ルツボ19）にて汚染される可能性を確実に防止することができる。

また、装置構造体22の構成材料として易気化性金属化合物と反応し易い金属材料を用いながら、それらの反応を避けることができる。これにより、完全に気密で強度的に安全性の高い装置構造体22を形成し、かつ装置構造体22の構成金属材料の溶出による汚染のない製品粉末を製造できる。

なお、上記実施例においては、保護内筒23の

応部32は反応ガス導入口38、シースガス導入口39を備えている。

また、気相化学反応装置30は、装置10と同様に、装置構造体40の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質の保護内筒41を設け、シールガス導入口42により装置構造体40と保護内筒41との間隙43に不活性ガスまたは反応ガスを流すこととしている。また、気相化学反応装置30は、装置10と同様に、投入管35、ガス導入口36、39のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、および気化用ルツボ37を易気化性金属化合物と反応しない材質にて形成している。

したがって、この気相化学反応装置30にあっても、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体40、投入管35、ガス導入口36、39、気化用ルツボ37）にて汚染される可能性を確実に防止できる。

第3図は本発明の第3実施例を示す模式図である。

この気相化学反応装置50が前記気相化学反応装置10と異なる点は、気体の流れを横向きに設定した構型であることにある。

気相化学反応装置50は、装置10と同様に、気化部51、反応部52、加熱装置53、冷却部54を有している。また、気化部51は易気化性金属化合物投入管55、キャリアガス導入管56、気化用ルツボ57を備えている。また、反応部52は反応ガス導入管58、シースガス導入管59を備えている。

また、気相化学反応装置50は、装置10と同様に、装置構造体60の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質の保護内筒61を設け、シールガス導入管62により装置構造体60と保護内筒61との間隙63に不活性ガスまたは還元ガスを流すこととしている。また、気相化学反応装置50は、装置10と同様に、易気化性金属化合物投入管55、キャリアガス導入管56、シースガス導入管59のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、

としては黒鉛を用いた。得られた銅粉中には未反応の塩化銅の混入による塩素と、空気との接触による酸素以外の不純物は検出されず、汚染が存在しないことが認められた。

#### (実施例2)

上記実施例1における保護内筒の構成材料を石英ガラスに代え、他の装置構成、反応条件については実施例1におけると全く同様とした実験を行った。その結果、銅粉の特性も実施例1の結果と全く変わらず、汚染が存在しないことが認められた。

#### (比較例1)

上記実施例1における保護内筒を設けず、他の装置構成については実施例1におけると全く同一の装置を用いて、同一反応条件で銅粉を作成した。その結果、銅粉中には銅、塩素、酸素以外に、Fe 2.34%、Cr 0.32%、Ni 0.28%、Mn 0.06%のステンレス鋼に起因する金属成分が含まれた。反応後の装置構造体内壁の調査によってその腐食が確認された。

および気化用ルツボ57を易気化性金属化合物と反応しない材質にて形成している。

したがって、この気相化学反応装置50にあっても、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料(装置構造体60、投入管55、ガス導入管56、59、気化用ルツボ57)にて汚染される可能性を確実に防止できる。

以下、本発明の具体的実施結果について説明する。

#### (実施例1)

第1図に示した装置10を用い、銅超微粉を作成した。易気化性金属化合物として塩化第一銅、還元ガスとして水素を使用した。反応条件は、気化温度1000℃、反応温度1000℃、キャリアガス(アルゴン)流量8ℓ/分、水素ガス流量5ℓ/分、シールガス(アルゴン)流量1ℓ/分、シースガス(アルゴン)流量1ℓ/分である。塩化第一銅は2グラム/分の速度で蒸発し、反応率96%で約0.2μmの銅粉が得られた。反応装置構造体の外壁構成部にはステンレス鋼を用い、保護内筒

#### (比較例2)

上記実施例1における保護内筒を設けず、装置構造体を純ニッケルにて形成した反応装置により、実施例1と同一反応条件で銅粉を作成した。その結果、銅粉中には、銅、塩素、酸素以外に、Ni 0.54%が含まれた。

#### [発明の効果]

以上のように、本発明によれば、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料(装置構造体、ガス導入管、気化用ルツボ)にて汚染される可能性を確実に防止することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の第1実施例を示す模式図、第2図は本発明の第2実施例を示す模式図、第3図は本発明の第3実施例を示す模式図、第4図は従来例を示す模式図である。

10、30、50…気相化学反応装置、

11、31、51…気化部、

12、32、52…反応部、

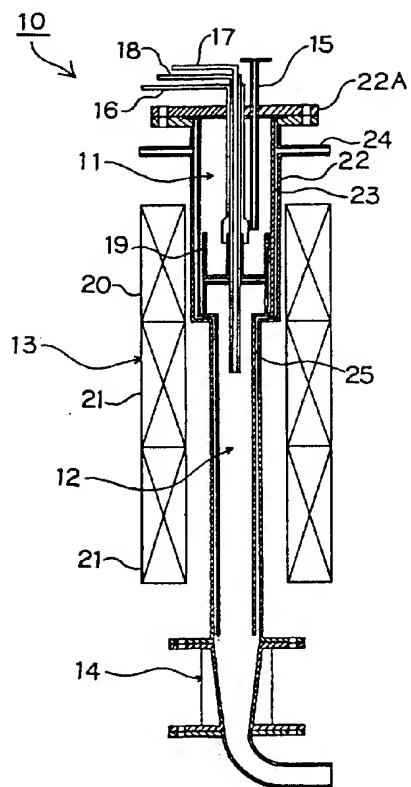
15、35、55…易気化性金属化合物投入管、

- 16、36、56…キャリアガス導入管、  
 17、38、58…反応ガス導入管、  
 18、39、59…シースガス導入管、  
 19、37、57…気化用ルツボ、  
 22、40、60…装置構造体、  
 23、41、61…保護内筒、  
 24、42、62…シールガス導入管、  
 25、43、63…間隙。

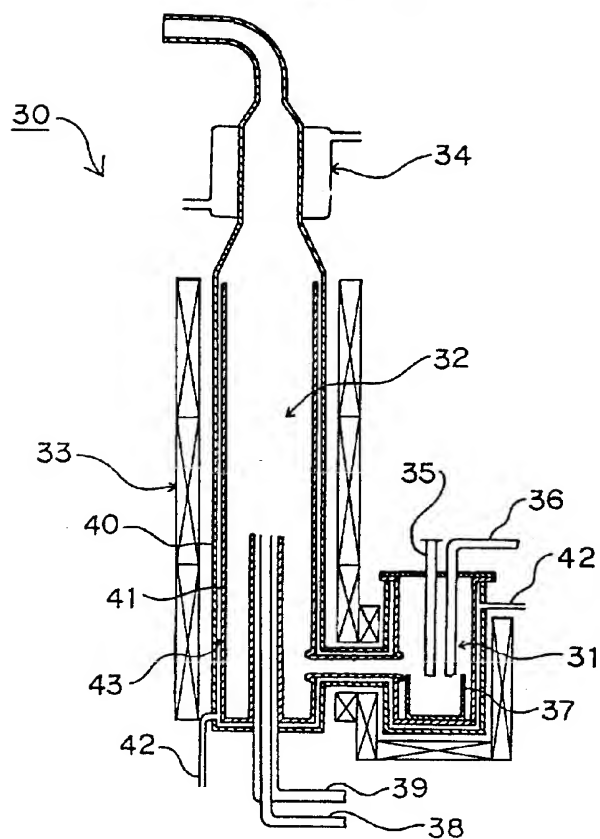
代理人 弁理士 堀川 修治

図面の浄書(内容に変更なし)

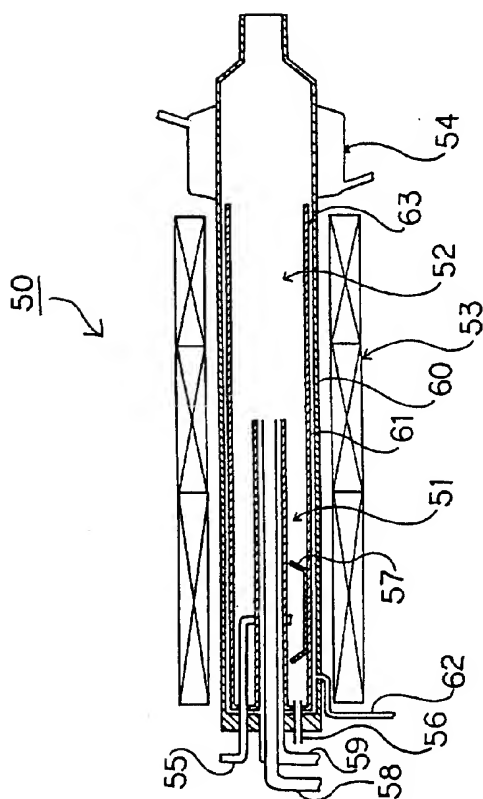
第1図



第2図



第3図



平成元年 1月25日

特許庁長官 吉田文毅殿

## 1. 事件の表示

昭和62年特許願第269455号

## 2. 発明の名称

気相化学反応装置

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 川崎製鉄株式会社

## 4. 代理人 〒105

住所 東京都港区虎ノ門一丁目23番7号

第23森ビル8階

電話(03)591-8031

氏名 (8138) 弁理士 塩川修治



## 5. 補正の対象

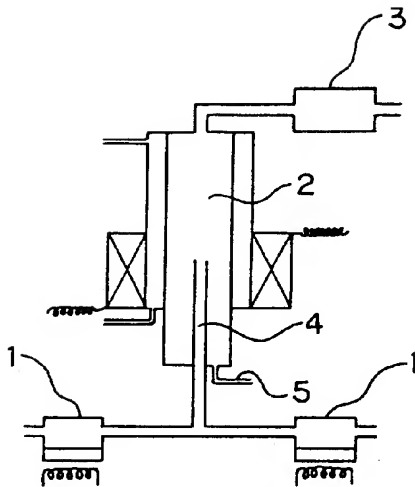
明細書の全文および図面

## 6. 補正の内容

別紙の通り(図面の内容には変更なし)



第4図



## 明 細 書

## 1. 発明の名称

気相化学反応装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) 易気化性金属化合物の投入管、キャリアガス導入管を備え、気化用ルツボを内蔵してなる気化部と、気化部に隣接して配設され、反応ガス導入管を備えてなる反応部とを有してなり、易気化性金属化合物と、該易気化性金属化合物に対する反応ガスとの間の気相化学反応により、金属もしくはセラミックスの粉末を製造する気相化学反応装置において、気化部および反応部を構成する装置構造体の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質 または製造粉末と同材質 の保護内筒を設け、装置構造体と保護内筒との間隙に不活性ガスまたは反応ガスを流し、かつ、易気化性金属化合物の投入管もしくはガス導入管のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、および気化用ルツボを易気化性金属化合物と反応しない材質 または製造粉末と同

材質にて形成することを特徴とする気相化学反応装置。

(2) 特許請求の範囲第1項において、保護内筒はその長手方向の一部のみを装置構造体に固定されてなる気相化学反応装置。

(3) 特許請求の範囲第1項または第2項において、反応ガス導入管の反応ガス出口部に不活性ガス導入部を設けてなる気相化学反応装置。

## 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は気相化学反応装置に関する。

[従来の技術]

第4図は、特開昭59-170211号公報に記載される金属微粉製造用の気相化学反応装置を示す模式図である。第4図において、1は易気化性金属化合物の気化部、2は反応部、3は粉末捕集部、4は易気化性金属化合物蒸気導入管、5は還元ガス導入管である。気化部1は、易気化性金属化合物(例えば $\text{FeCl}_2$ 、 $\text{NiCl}_2$ 、 $\text{WO}_3$ 等の金属ハロゲン化物)を蒸発気化させ、反応部2は、該易気



化性金属化合物の蒸気と還元ガスとを接触、混合し、気相化学反応の進行により金属の微粉を生成する。

すなわち、上記気相化学反応装置にあっては、気化部1で蒸発気化した金属化合物がキャリアガスにより反応部2に導かれて別に導入された還元ガスと反応する。すなわち、金属化合物が水素ガス等により還元されて金属の超微粉、微粉を生じ、これらの超微粉、微粉は粉末捕集部3において回収される。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上記従来の気相化学反応装置にあっては、気化部1および反応部2を構成する装置構造体の内壁と易気化性金属化合物蒸気とが直接的に接触する構造になっており、その内壁材質と易気化性金属化合物蒸気との間に反応を生じ、その内壁材質が製品粉末に混入し、製品粉末を汚染するおそれがある。

気化部1および反応部2の設置構造体の少なくとも最外壁部は、ガスの漏洩を防ぐため金属材料

を用いざるを得ない。そこで、上記装置構造体の内壁部をセラミックス等の易気化性金属化合物蒸気と反応しにくい材質にて構成することも考えられるが、この場合には金属とセラミックスとの膨張の差等からセラミックスに亀裂を生じ、結果としてセラミックスの亀裂部分を介する金属と易気化性金属化合物蒸気との接触を生じ、製品粉末の汚染を避けることができない。

また、金属材料からなる装置構造体の内面へ易気化性金属化合物蒸気と反応しにくい材質（セラミックス、貴金属等）をコーティングすることも考えられるが、この場合には、①セラミックスではこの装置に不可避な昇温、降温の熱サイクルによる劣化、剥離を生じ、また②白金等の貴金属では高温による金属の相互拡散を生じて外壁金属が表面に暴露される結果、製品粉末の汚染を避けることができない。

本発明は、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体、ガス導入管、気化用ルツボ）にて汚染される可能性を確実

に防止することを目的とする。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、易気化性金属化合物の投入管、キャリアガス導入管を備え、気化用ルツボを内蔵してなる気化部と、気化部に隣接して配設され、反応ガス導入管を備えてなる反応部とを有してなり、易気化性金属化合物と、該易気化性金属化合物に対する反応ガスとの間の気相化学反応により、金属もしくはセラミックスの粉末を製造する気相化学反応装置において、気化部および反応部を構成する装置構造体の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質または製造粉末と同材質の保護内筒を設け、装置構造体と保護内筒との間隙に不活性ガスまたは反応ガスを流し、かつ、易気化性金属化合物の投入管もしくはガス導入管のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、および気化用ルツボを易気化性金属化合物と反応しない材質または製造粉末と同材質にて形成するようにしたものである。

〔作用〕

本発明によれば、装置構造体の内側に不活性ガスまたは反応ガス（例えば  $H_2$ 、 $O_2$  等）を介した状態で、易気化性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）の保護内筒が設けられ、装置構造体の構成材料と易気化性金属化合物との直接的な接触を避けることができる。また、装置内に配置されるガス導入管、気化用ルツボも易気化性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）にて形成される。

したがって、易気化性金属化合物の投入管から気化用ルツボに投入される易気化性金属化合物は、装置内の高温部にて黒鉛、石英ガラス等の該易気化性金属化合物と反応しない材質からなるもの以外と接触することなく、気化部および反応部に送られることになる。これにより、本発明は、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体、ガス導入管、気化用ルツボ）にて汚染される可能性を確実に防止することができる。

また、装置構造体の構成材料として易気化性金

属化合物と反応し易い金属材料を用いながら、それらの反応を避けることができる。これにより、完全に気密で強度的に安全性の高い装置構造体を形成し、かつ装置構造体の構成金属材料の溶出による汚染のない製品粉末を製造できる。

なお、本発明の好適な実施態様として、保護内筒の長手方向の一部（例えば一端部）のみを装置構造体に固定するものとすれば、装置の熱サイクルに対して保護内筒を自在に伸縮させることができ、保護内筒の亀裂を防止し、装置を長時間安定して稼動させることができる。この時、装置構造体と保護内筒との間隙に供給される不活性ガスまたは反応ガスは、保護内筒の固定部から自由端側へと流され、易気化性金属化合物蒸気が上記自由端から上記間隙内に侵入することを防止できる。

また、本発明の実施において、後記の実施例に示されるように反応ガス導入管閉塞防止のために、反応ガス導入管の反応ガス出口部に不活性ガス導入部を設けることが好適である。

あるが、この反応装置10にあっては、シースガス（反応ガス導入管閉塞防止用）導入管18により、反応ガス導入管17を不活性ガスによってシース（反応ガス導入管の閉塞防止）し、操業後に取り外して清掃することを可能としている。キャリアガス導入管16、反応ガス導入管17、シースガス導入管18は3重管となっている。

反応部12は、気化部11の下部に接続され、気化用ルツボ19の中心を貫通した反応ガス導入管17、シースガス導入管18の開口端を配置せしめている。なお、気化部11は大径の円筒状、反応部12は小径の円筒状とされている。

加熱装置13は、気化部加熱炉20と反応部加熱炉21とを接続して構成されており、気化部加熱炉20は気化部11に対応配置され、反応部加熱炉21は反応部12に対応配置されている。両加熱炉20、21は、それらの発熱体と制御系とを相互に別個としており、相互に独立に温度制御できるようになっている。気化部11の気化温度と反応部12の反応温度とが同一であるときに

また、本発明の実施において、装置の使用温度によっては、保護内筒、易気化性金属化合物の投入管、ガス導入管、気化用ルツボを、装置が製造しようとする粉末と同一材質にて形成することもできる。

#### 【実施例】

第1図は本発明の第1実施例を示す模式図である。

気相化学反応装置10は、縦型をなしており、気化部11、反応部12、加熱装置13、冷却部14によって構成され、気体の流れを下向きに設定している。

気化部11は、易気化性金属化合物投入管15、易気化性金属化合物を反応部12へ送るキャリアガス導入口16、反応ガス導入管17、シースガス導入管18を備え、気化用ルツボ19を内蔵している。反応ガス導入管17は2重円筒状の気化用ルツボ19の中心に貫通配置し、着脱可能である。また、気相化学反応では反応部内壁やガス導入管外壁に析出を生ずることが不可避で

は、両加熱炉20、21の発熱体、制御系を単一化してもよい。

冷却部14は、反応部12の下部に配設され、水ジャケットを備えるとともに、その出口は粉末回収装置へ連なる。

上記気相化学反応装置10は、易気化性金属化合物投入管15から投入される易気化性金属化合物と、反応ガス導入管17から導入される還元ガスとの間の気相化学反応により、金属の超微粉・微粉の粉末を製造することができる。ここで、易気化性金属化合物を連続的に投入すれば、連続的な粉末の製造が可能となる。

しかして、上記気相化学反応装置10にあっては、気化部11と反応部12を構成する金属材料製装置構造体22の内側に、易気化性金属化合物と反応しない材質としての黒鉛または石英ガラス等または製造粉末と同材質にて形成される保護内筒23を設けている。保護内筒23は気化部11に対応する部分を大径、反応部12に対応する部分を小径としている。保護内筒23は、上端部を

装置構造体 22 の上端フランジ部 22 A にシールされて挟着固定されており、下端部を反応部 12 の下端側にて解放自由端としている。

また、装置構造体 22 の上端側外周部にはシールガス導入管 24 が接続され、装置構造体 22 と保護内筒 23 の間隙 25 にシールガスとしての、不活性ガスまたは反応ガスを供給するようになっている。間隙 25 に供給された上記シールガスは保護内筒 23 の自由端側から反応部 12 の内部に流出する。

また、易気化性金属化合物投入管 15、キャリアガス導入管 16、シースガス導入管 18 のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分は、それらの装置内低温部側部分と切り離し、易気化性金属化合物と反応しない材質としての黒鉛または石英ガラス等にて形成される。それらの管の高温部側部分は低温部側部分に螺着される。この時、螺着部の機密は完全である必要がない。

また、気化用ルツボ 19 も易気化性金属化合物

と反応しない材質としての黒鉛または石英ガラス等にて形成される。

次に、上記実施例の作用について説明する。

上記実施例によれば、装置構造体 22 の内側に不活性ガスまたは反応ガスを介した状態で、易気化性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）または製造粉末と同材質の保護内筒 23 が設けられ、装置構造体 22 の構成材料と易気化性金属化合物との直接的な接触を避けることができる。また、装置内に配置される易気化性金属化合物投入管 15、ガス導入管 16、18、気化用ルツボ 19 も易気化性金属化合物と反応しない材質（例えば黒鉛、石英ガラス等）にて形成される。

したがって、易気化性金属化合物の投入管 15 から気化用ルツボ 19 に投入される易気化性金属化合物は、装置内の高温部にて黒鉛、石英ガラス等の該易気化性金属化合物と反応しない材質からなるもの以外と接触することなく、気化部 11 および反応部 12 に送られることになる。これによ

り、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体 22、投入管 15、ガス導入管 16、18、気化用ルツボ 19）にて汚染される可能性を確実に防止することができる。

また、装置構造体 22 の構成材料として易気化性金属化合物と反応し易い金属材料を用いながら、それらの反応を避けることができる。これにより、完全に気密で強度的に安全性の高い装置構造体 22 を形成し、かつ装置構造体 22 の構成金属材料の溶出による汚染のない製品粉末を製造できる。

なお、上記実施例においては、保護内筒 23 の一端部のみを装置構造体 22 に固定するものとした。したがって、装置の熱サイクルに対して保護内筒を自在に伸縮させることができ、保護内筒 23 の亀裂等を防止し、装置を長時間安定して稼働させることができる。この時、装置構造体 22 と保護内筒 23 との間隙 25 に供給される不活性ガスまたは反応ガスは保護内筒 23 の固定部から自由端側へと流され、易気化性金属化合物蒸気が

上記自由端から上記間隙内に侵入することを防止できる。

第 2 図は本発明の第 2 実施例を示す模式図である。

この気相化学反応装置 30 が前記気相化学反応装置 10 と異なる点は、気体の流れを上向きに設定した型であることにある。

気相化学反応装置 30 は、装置 10 と同様に、気化部 31、反応部 32、加熱装置 33、冷却部 34 を有している。また、気化部 31 は易気化性金属化合物投入管 35、キャリアガス導入管 36、気化用ルツボ 37 を備えている。また、反応部 32 は反応ガス導入管 38、シースガス導入管 39 を備えている。

また、気相化学反応装置 30 は、装置 10 と同様に、装置構造体 40 の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質または製造粉末と同材質の保護内筒 41 を設け、シールガス導入管 42 により装置構造体 40 と保護内筒 41 との間隙 43 に不活性ガスまたは反応ガスを流すこととしている。

また、気相化学反応装置30は、装置10と同様に、投入管35、ガス導入管36、39のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、および気化用ルツボ37を易気化性金属化合物と反応しない材質にて形成している。

したがって、この気相化学反応装置30にあっても、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料(装置構造体40、投入管35、ガス導入管36、39、気化用ルツボ37)にて汚染される可能性を確実に防止できる。

第3図は本発明の第3実施例を示す模式図である。

この気相化学反応装置50が前記気相化学反応装置10と異なる点は、気体の流れを横向きに設定した横型であることにある。

気相化学反応装置50は、装置10と同様に、気化部51、反応部52、加熱装置53、冷却部54を有している。また、気化部51は易気化性金属化合物投入管55、キャリアガス導入管

56、気化用ルツボ57を備えている。また、反応部52は反応ガス導入管58、シースガス導入管59を備えている。

また、気相化学反応装置50は、装置10と同様に、装置構造体60の内側に易気化性金属化合物と反応しない材質または製造粉末と同材質の保護内筒61を設け、シールガス導入管62により装置構造体60と保護内筒61との間隙63に不活性ガスまたは還元ガスを流すこととしている。また、気相化学反応装置50は、装置10と同様に、易気化性金属化合物投入管55、キャリアガス導入管56、シースガス導入管59のうちで装置内高温部に存在して易気化性金属化合物と接触する可能性のある部分、および気化用ルツボ57を易気化性金属化合物と反応しない材質にて形成している。

したがって、この気相化学反応装置50にあっても、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料(装置構造体60、投入管55、ガス導入管56、59、気化用ルツボ57)にて

汚染される可能性を確実に防止できる。

以下、本発明の具体的実施結果について説明する。

#### (実施例1)

第1図に示した装置10を用い、銅超微粉を作成した。易気化性金属化合物として塩化第一銅、還元ガスとして水素を使用した。反応条件は、気化温度1000℃、反応温度1000℃、キャリアガス(アルゴン)流量8ℓ/分、水素ガス流量5ℓ/分、シールガス(アルゴン)流量1ℓ/分、シースガス(アルゴン)流量1ℓ/分である。塩化第一銅は2グラム/分の速度で蒸発し、反応率98%で約0.2μmの銅粉が得られた。反応装置構造体の外壁構成部にはステンレス鋼を用い、保護内筒としては黒鉛を用いた。得られた銅粉中には未反応の塩化銅の混入による塩素と、空気との接触による酸素以外の不純物は検出されず、汚染が存在しないことが認められた。

#### (実施例2)

上記実施例1における保護内筒の構成材料を石

英ガラスに代え、他の装置構成、反応条件については実施例1におけると全く同様とした実験を行なった。その結果、銅粉の特性も実施例1の結果と全く変わらず、汚染が存在しないことが認められた。

#### (実施例3)

上記実施例1における保護内筒の構成材料を銅に代え、他の装置構成、反応条件については実施例1と同様の実験を行なった。その結果、銅粉の特性も実施例1の結果と全く変わらず、汚染が存在しないことが認められた。

#### (比較例1)

上記実施例1における保護内筒を設けず、他の装置構成については実施例1におけると全く同一の装置を用いて、同一反応条件で銅粉を作成した。その結果、銅粉中には銅、塩素、酸素以外に、Fe 2.34%、Cr 0.32%、Ni 0.28%、Mn 0.08%のステンレス鋼に起因する金属成分が含まれた。反応後の装置構造体内壁の調査によってもその腐食が確認された。

(比較例 2)

上記実施例 1 における保護内筒を設けず、装置構造体を純ニッケルにて形成した反応装置により、実施例 1 と同一反応条件で銅粉を作成した。その結果、銅粉中には、銅、塩素、酸素以外に、Ni 0.54 % が含まれた。

〔発明の効果〕

以上のように、本発明によれば、易気化性金属化合物より生成される粉末が装置の構成材料（装置構造体、ガス導入管、気化用ルツボ）にて汚染される可能性を確実に防止することができ、かつ、装置を長時間安定して稼働させることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第 1 図は本発明の第 1 実施例を示す模式図、第 2 図は本発明の第 2 実施例を示す模式図、第 3 図は本発明の第 3 実施例を示す模式図、第 4 図は従来例を示す模式図である。

1 0、3 0、5 0 … 気相化学反応装置、

1 1、3 1、5 1 … 気化部、

1 2、3 2、5 2 … 反応部、

1 5、3 5、5 5 … 易気化性金属化合物投入管、

1 6、3 6、5 6 … キャリアガス導入管、

1 7、3 8、5 8 … 反応ガス導入管、

1 8、3 9、5 9 … シースガス導入管、

1 9、3 7、5 7 … 気化用ルツボ、

2 2、4 0、6 0 … 装置構造体、

2 3、4 1、6 1 … 保護内筒、

2 4、4 2、6 2 … シールガス導入管、

2 5、4 3、6 3 … 間隙。

代理人 弁理士 堀 川 修 治